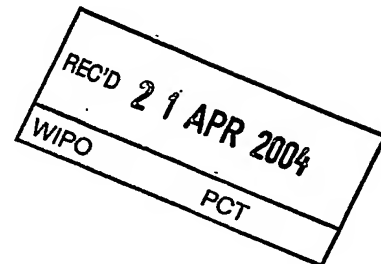


BEST AVAILABLE COPY

**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 103 26 248.2

**Anmeldetag:** 6. Juni 2003

**Anmelder/Inhaber:** Vinnolit GmbH & Co KG, 85737 Ismaning/DE

Erstanmelder: Vinnolit Technologie GmbH & Co KG  
Werk Gendorf, 84508 Burgkirchen/DE

**Bezeichnung:** Vorrichtung und Verfahren zur Herstellung  
von Vinylchlorid durch thermische Spaltung  
von 1,2-Dichlorethan

**IPC:** C 07 C 17/25

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 25. März 2004  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

## Beschreibung

Vorrichtung und Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan (EDC), wobei die Energiebilanz, die Laufzeit (Wartungsintervall) des Spaltofens und/oder die Ausbeute an Vinylchlorid gegenüber dem Stand der Technik verbessert werden konnte (vgl. Tabelle 1).

10

15

20

Bekannt sind Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung beispielsweise aus der DE 3440685. Dort ist beschrieben, dass das 1,2-Dichlorethan in der Konvektionszone des Spaltofens aufgeheizt, in einem externen Wärmetauscher (EDC Verdampfer) mit Wasserdampf verdampft und gasförmig mit einer Temperatur von 195°C bei einem Druck von 1,3MPa in den Spaltofen eingespeist wird (Niederdruckverfahren). Die Spaltgase werden anschließend einer Aufarbeitung zugeführt. Im ganzen System herrscht ein tiefer Systemdruck von 1,3MPa, der sich nachteilig auswirkt; Bei der Abtrennung von Chlorwasserstoff ist eine hohe Kondensationsenergie erforderlich, weil die Kondensation des Gases bei sehr niedriger Temperatur zu erfolgen hat. Zudem wird die hohe Wärmeenergie, mit der der Spaltgasstrom den Spaltofen verlässt (494°C) nicht genutzt.

Nachteile dieses Verfahrens sind vor allem

30

35

- a) der hohe Stromverbrauch pro Tonne Zielprodukt für die Erzeugung des zur Kondensation und damit Abtrennung des Nebenproduktes Chlorwasserstoff notwendige Kälteenergie
- b) der hohe Energieaufwand, den die Verdampfung des EDC vor der Einspeisung in den Spaltofen erfordert und
- c) der höhere Energiebedarf im Spaltofen, bedingt durch die niedrige Eingangstemperatur des EDC in den Spaltofen von nur ca. 195 °C.

- Bekannt ist auch aus der EP 0 264 065 B1 ein Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung, wobei die Wärmeenergie des Spaltgases (also des Gasstromes, der die Strahlungszone des Spaltofens verlässt und dessen Temperatur dort mit ca. 496°C angegeben wird) durch einen Wärmetauscher, in dem EDC, das bereits durch die Konvektionszone des Spaltofens durchgeleitet und damit erwärmt wurde, verdampft wird, zum Teil nutzbar gemacht wird. Jedoch wird auch hier die Wärmeenergie des Dampfes, der die an den Spaltofen anschließende Quenchkolonne verlässt, nicht genutzt. Zudem ist der Druck in dem Spaltofen relativ hoch (größer 2,5MPa Hochdruckspaltung), so dass geringe Temperaturschwankungen zu extremen Druckschwankungen führen. Beispielsweise können Druckschwankungen in dem, dem Spaltofen vorgeschalteten, EDC-Verdampfer, die die Reaktions- und damit die Verweilzeit des Dichlorethans im Spaltofen beeinflussen, nicht ausgeglichen werden.
- Aufgabe der Erfindung ist es daher, eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan (EDC) zu schaffen, bei dem die Wirtschaftlichkeit gegenüber dem Stand der Technik verbessert ist.
- Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan, zumindest einen Spaltofen, eine Quenchkolonne und eine Reinigungsvorrichtung in dieser Reihenfolge aufweisend, wobei in der Zuführleitung, durch die in die Strahlungszone des Spaltofens 1,2-Dichlorethan eingespeist wird, ein vorgegebener Druck im Bereich zwischen 1,4 bis 2,5MPa gewährleistet ist und zumindest ein erster Wärmetauscher angeordnet ist, durch den Druckschwankungen und Temperaturschwankungen in der EDC-Verdampfung ausgeglichen werden.

Ausserdem ist Gegenstand der Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan in einem Spaltofen, bei dem im System ein mittlerer Druck von 1,4 bis 2,5 MPa gehalten wird und ein extern beheizbarer und separat regelbarer Wärmetauscher vorgesehen ist, durch den Druckschwankungen und Temperaturschwankungen innerhalb des Systems ausgeglichen werden.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen, der Beschreibung und der Figur.

Nach einer Ausgestaltung der Vorrichtung und des Verfahrens wird das 1,2-Dichlorethan vor dessen Umsetzung in der Strahlungszone des Spaltofens unter Nutzung der Quenchabgaswärme, also der Abwärme des Kopfstromes der Quenchkolonne, erhitzt. Nach einer besonders bevorzugten Ausführungsform kann dabei noch andere Abwärme des Systems zum Aufheizen des in die Strahlungszone des Spaltofens einzuleitenden 1,2-Dichlorethans eingesetzt werden. Dabei ist insbesondere vorteilhaft, dieses System zur Erwärmung des EDC auch noch mit einem Wärmetauscher zu kombinieren, der durch die Konvektionszone des Spaltofens führt und die Abwärme der Rauchgase des Spaltofens nutzbar macht.

Der erste Wärmetauscher kann auch als Trimwärmetauscher bezeichnet werden, weil er beispielsweise neben der Druckregelung auch als extern dampfbetriebener Wärmetauscher zur Feinregelung des Wärmebedarfs in der EDC Spaltung eingesetzt werden kann.

Vorzugsweise ist dieser, auch zur Feineinstellung der Temperatur der 1,2-Dichlorethanzufuhr einsetzbare, erste Wärmetauscher zwischen einem zweiten Wärmetauscher, durch den die Abgase des Kopfstromes der Quenchkolonne genutzt werden und einem dritten, in die Konvektionszone des Spaltofens integrierten Wärmetauscher angeordnet.

Diese externe Energiezufuhr hat sich zur besseren Regelung des Druckes in der Spaltanlage als vorteilhaft erwiesen. Auf diese Weise, d.h. durch Zufuhr von externer Energie, lassen sich Druckschwankungen in der EDC Verdampfung und damit in der Zuführleitung ausgleichen. Dabei ist es vorteilhaft, wenn eine Regelungs- und Steuervorrichtung vorgesehen ist, die den Druck in der EDC-Verdampfung misst und bei Druckänderung die Temperatur des extern beheizten ersten Wärmetauschers automatisch oder manuell so verändert, dass der Druck wieder einen vorgegebenen Wert erreicht.

Nach einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird 1,2-Dichlorethan in 3 Stufen unter Ausnutzung des Energieinhaltes der heißen Spaltgase und der Rauchgase des Spaltofens auf nahezu Siedetemperatur erwärmt:

- in dem zweiten Wärmetauscher, der die Abwärme der Quenchkolonne nutzbar macht, wird flüssiges 1,2-Dichlorethan durch das Sattedampfgemisch (Vinylchlorid, Chlorwasserstoff und nicht umgesetztes 1,2-Dichlorethan hauptsächlich umfassend), das die Quenchkolonne kopfseitig verlässt, auf ca. 120 - 150 °C aufgeheizt,
- in dem ersten Wärmetauscher (Trimwärmetauscher = dampfbetriebener Wärmetauscher zur Druckregelung und/oder Feinregelung des Wärmebedarfes in der EDC Spaltung) wird das flüssige 1,2-Dichlorethan durch Wasserdampf extern weiter aufgeheizt,
- in einem dritten Wärmetauscher in der Konvektionszone des Spaltofens wird das noch flüssige 1,2-Dichlorethan durch die Rauchgase des Spaltofens auf 200 - 250 °C aufgeheizt.

Das nach dieser 3-stufigen Erwärmung immer noch flüssige 1,2-Dichlorethan wird in einem externen, sogenannten "EDC Verdampfer" unter Nutzung der Abwärme der aus dem Spaltofen austretenden 450 - 550 °C heißen Spaltgase bei einem Druck von 1,4 bis 3,5 MPa vorzugsweise zwischen 1,4 und 2,5 und insbesondere zwischen 1,6 - 2,2 MPa, verdampft.

Das nun gasförmige 1,2-Dichlorethan wird in die Strahlungszone des Spaltofens geführt und innerhalb von 5 - 10 Sekunden, bevorzugt innerhalb 6 - 7 Sekunden auf über 450 °C erhitzt. Die Energiezufuhr zum Spaltofen ist bevorzugt wie folgt aufgeteilt:.

1. Brennerreihe (EDC Eintritt): 30 - 70 %

Brennerreihe(n) Mitte: 20 - 40 %

Letzte Brennerreihe (Spaltgas Austritt): 10 - 20 %

- 10 Die gesamte Verweilzeit des EDC in der Strahlungszone des Spaltofens soll 15 - 30 Sekunden, bevorzugt 18 - 23 Sekunden betragen. Das 450 °C bis 550 °C heiße Spaltgas wird durch den externen EDC-Verdampfer geleitet und hinterher in der Quenchkolonne durch Direktkühlung mit einem Flüssigkeitsgemisch aus 1,2-Dichlorethan, Vinylchlorid und gelöstem Chlorwasserstoff auf Sattedampftemperatur abgekühlt. Der Druck in der Quenchkolonne beträgt 1,4 - 2 MPa, bevorzugt 1,5 - 1,7 MPa.
- 15
- 20 Der Kopfstrom der Quenche wird vorteilhafterweise zur Vorwärmung von flüssigem 1,2-Dichlorethan verwendet und anschließend mit Kühlwasser oder mittels Luftkühler auf 50 - 60 °C abgekühlt. Der Gas- und der Flüssigkeitsstrom aus dem Quenchsystem werden nun zur Trennung von Chlorwasserstoff, Vinylchlorid und nicht umgesetzten 1,2-Dichlorethan einer Destillation zugeführt. In der ersten Stufe wird Chlorwasserstoff über Kopf der Kolonne von Vinylchlorid und 1,2-Dichlorethan abgetrennt. Bedingt durch den Quenchdruck von 1,5 - 1,7 MPa wird die erste Destillationskolonne bei 1,2 MPa und -25 °C im Kopf betrieben.
- 30

Im oberen Teil der Konvektionszone des Spaltofens kann Wasserdampf gewonnen und/oder die Verbrennungsluft für den Spaltofen vorgewärmt werden, wobei gleichzeitig die Rauchgase abgekühlt werden.

35

Überraschenderweise wurde gefunden, dass die Einhaltung bestimmter Betriebsparametern insbesondere ein Druck in der Spaltschlange von 1,6 - 1,9 MPa, einer schnellen Aufheizung des 1,2-Dichlorethans im ersten Teil der Strahlungszone, die  
 5 Einhaltung der oben beschriebenen Verweilzeiten und/oder eine gezielte Feuerung in den einzelnen Spaltofensegmenten, die Nebenproduktbildung drastisch verringert und gleichzeitig die Ofenlaufzeit verlängert. Die benötigte Kälteleistung zur Verflüssigung des Rücklaufes beträgt, bedingt durch den Druck in  
 10 der ersten Destillationskolonne nur 35,4 KW/ to Zielprodukt.

Die erzielte EDC Ausbeute (Ausbeute an Vinylchlorid bezogen auf umgesetztes, reines 1,2-Dichlorethan) gemäß dem beschriebenen Verfahren beträgt 99,5%. Durch die hohe Eintrittstemperatur des 1,2-Dichlorethans in die Strahlungszone des  
 15 Spaltofens ist der Verbrauch an Primärerenergie im Spaltofen ebenfalls sehr gering im Vergleich zu anderen bekannten Verfahren.

20 Die folgende Tabelle zeigt die Erfindung im Vergleich zu dem in der Einleitung diskutierten Stand der Technik DE 344 0685 und EP 0264065.

**Tabelle: Auswertung der Versuchsergebnisse**

	Erfindungs- gemäß	ähnlich DE 34 40 685	ähnlich EP 02 64 065
Nebenproduktbildung in kg pro Tonne Zielprodukt	11	17	10
1,2-Dichlorethan- ausbeute in Gew. %	99,52	99,3	99,54
Energieverbrauch ge- samt EDC Spaltung in kW / to Vinylchlorid	904	890	943
Energieverbrauch EDC Verdampfung in kW/	201 (durch Spaltgas)	210 (durch Spaltgas)	235 (durch Wasserdampf)

to Vinylchlorid			
Ofenlaufzeit zwischen Reinigungsintervallen in Monaten	19	10	20
Kälteleistung zur Verflüssigung des Chlorwasserstoffes am Kopf der HCl Kolonne in kW / to Zielprodukt	35,4	33,7	92,5

#### Definitionen:

5 Nebenproduktbildung = die Summe aller bei der Spaltung von 1,2-Dichlorethan entstehenden Nebenprodukte

1,2-Dichlorethanausbeute = Ausbeute an Vinylchlorid bezogen auf das reine, umgesetzte 1,2-Dichlorethan

10 Energieverbrauch gesamt: Gesamt Primärenergieeinsatz im Spaltofen (Rohrreaktor) in Form von Heizgas oder Heizöl

15 Energieverbrauch EDC Verdampfung: Energieeinsatz zur Erwärmung von 1,2-Dichlorethan im EDC Verdampfer auf Siedetemperatur und zur gesamten Verdampfung des 1,2-Dichlorethanstromes zum Spaltofen (Rohrreaktor); bei der Hochdruckspaltung und der Erfindung wird diese Energie dem Spaltgas nach dem Austritt aus dem Rohrreaktor entzogen, bei der Hochdruckspaltung wird diese Energie extern mittels Wasserdampf zugeführt.

20 Ofenlaufzeit = die Zeit nach der die Reaktion unterbrochen werden muss um den Spaltofen (Rohrreaktor) zu reinigen



Kälteleistung zur Verflüssigung von Chlorwasserstoff in der HCl Kolonne = jene elektrische Energie, die zur Kälteerzeugung verwendet werden muss, um die Chlorwasserstoffmenge, die als Rücklauf in der ersten Destillationskolonne (HCL - Kolonne) benötigt wird, zu kondensieren.

Mit der tabellarischen Aufstellung wird eindrucksvoll gezeigt, dass die hier beschriebene erfindungsgemäße Methode es erstmals ermöglicht, die drei entscheidenden Vorteile der Niederdruckspaltung, eine hohe Ausbeute, eine niedrige Rate an Nebenproduktbildung und eine lange Laufzeit des Ofens, mit einem Energieverbrauch, der sich mit dem der Hochdruckspaltung messen kann, zu realisieren.

Im folgenden wird die Erfindung noch anhand einer Figur, die einen Schaltplan eines Verfahren und gleichzeitig eine schematische Widergabe der Anordnung einer Vorrichtung zur Herstellung von Vinylchlorid zeigt.

Die Figur teilt sich in zwei Teile A und B. Im ersten Teil A ist der Spaltofen und die Verdampfungsanlage, durch die die Abwärme des Spaltgasstromes primär genutzt wird, dargestellt. Im zweiten Teil B ist die Quenchkolonne und die Zuführleitungen zu der Reinigungsanlage zu sehen.

Beispielsweise kann das Verfahren wie folgt geführt werden: Es werden stündlich 42 to 1,2-Dichlorethan mit einer Temperatur von 120 °C mittels einer Pumpe 1 (Blatt B) auf einen Druck von 3,6 MPa gebracht und über den mit Sattedampfstrom aus der Quenchkolonne beheizten zweiten Wärmetauscher 7 (Blatt B), sowie dem ersten Wärmetauscher, dem Trimwärmetauscher 2 (Blatt A), der zur Regelung des Druckes im EDC Verdampfer benötigt wird, auf ca. 160 °C vorgeheizt und der Konvektionszone 3 (Blatt A) des Spaltofens 1 (Blatt A) zugeführt. In der Konvektionszone 3 wird das 1,2-Dichlorethan mittels der Rauchgase auf 230 °C aufgeheizt und abhängig vom

Füllstand des externen 1,2-Dichlorethanverdampfer über ein Regelventil in den EDC Verdampfer 4 (Blatt A) geleitet. Durch die ca. 490 °C heißen vinylchloridhaltigen Spaltgase, die den externen 1,2-Dichlorethanverdampfer rohrseitig durchströmen, wird das 1,2-Dichlorethan auf Siedetemperatur erwärmt und bei einem Druck von 2,2 MPa verdampft. Das 232 °C heiße 1,2-Dichlorethan wird über ein Regelventil dem oberen Teil der Strahlungszone 5 des Spaltofens 1 (Blatt A) zugeführt. Der Spaltofen 1 wird beispielsweise mit 1270 Nm<sup>3</sup>/h Erdgas befeuert. Die Heizgasverteilung der 4 Brennerreihen ist beispielsweise wie folgt:

1. Reihe oben (EDC Eintritt) ca. 40% der gesamten Erdgasmenge
2. Reihe oben/Mitte ca. 30% der gesamten Erdgasmenge
3. Reihe unten / Mitte ca. 18% der gesamten Erdgasmenge
4. Reihe unten (Spaltgas Austritt) ca. 12% der gesamten Erdgasmenge

Der Gesamt Umsatz von 1,2-Dichlorethan zu Vinylchlorid betrug im konkret ausgeführten Beispiel 55,9 %.

Der Spaltgasstrom, bestehend aus Vinylchlorid, 1,2-Dichlorethan, Chlorwasserstoff und Nebenprodukten strömt mit ca. 490 °C aus der Strahlungszone des Spaltofens in den externen EDC- Verdampfer.

Dieser Strom wird im Verdampfer durch Verdampfung von EDC auf 260 °C abgekühlt und einer Quenchkolonne 6 (Blatt B) zugeführt. Der Kopfdruck der Quenchkolonne 6 beträgt 1,6 MPa. Der mittels einem flüssigem Gemisch aus 1,2-Dichlorethan, Vinylchlorid und Chlorwasserstoff gesättigte Spaltgasstrom wird in einem Luftkühler 8 (Blatt B) teilweise kondensiert. Die Flüssigkeit wird aus dem Rücklaufbehälter 9 (Blatt B) mittels Pumpe, standgeregelt zu einer Kolonne gepumpt, in der HCl über Kopf von VCM, nicht umgesetztem EDC und Nebenprodukten abgetrennt wird. Der nicht kondensierte Gasstrom wird in

einem weiteren Wärmetauscher 10 (Blatt B) abgekühlt und ebenfalls der o.g. destillativen Auftrennung zugeführt.

5 Der Sumpfstrom aus der Quenchkolonne 6 wird zur Feststoffabtrennung einem einstufigen Flashbehälter 11 (Blatt B) zugeführt. Der feststofffreie Kopfstrom des Flashbehälters wird in einem Wärmetauscher 12 (Blatt B) kondensiert und zur o.g. Destillationskolonne gepumpt. Der Vinylchlorid- und Chlorwasserstofffreie Sumpfstrom des Flashbehälters wird zur destillativen EDC Reinigung gefördert.

Für das gesamte, hier beispielhaft beschriebene System wurde nun wie folgt eine Nebenprodukt - Bilanz durchgeführt:  
Analyse von Feed 1,2-Dichlorethan zum Spaltofen  
15 Analyse des Chlorwasserstoffstromes der HCl Kolonne zur Oxychlorierung  
Analyse des Sumpfstromes der HCl Kolonne zur Vinylchloridkolonne  
Analyse des Sumpfstromes des Flashbehälters zur Vakuumkolonne.  
20

Die Nebenproduktbilanz entsprechend des Beispiels 1 ergibt 11 kg Nebenprodukte pro Tonne Zielprodukt (Vinylchlorid) bei einem Spaltumsatz von 55,9%. Die 1,2-Dichlorethanausbeute betrug 99,52 % (Massenteile).

Die Laufzeit des Spaltofens bis zur nächsten Reinigung betrug 19 Monate.

30 Die Energieverbräuche waren wie folgt:  
- Energieverbrauch der EDC Spaltung: 904 kW/ to Vinylchlorid  
- Energieverbrauch zur Verdampfung von 1,2-Dichlorethan mittels Spaltgas (bereits in den 904 kW enthalten)  
- Elektrische Energie zur Verflüssigung von Chlorwasserstoff  
35 am Kopf der ersten Destillationskolonne: 35,4 kW / to Vinylchlorid

Nach weiteren Ausgestaltungen des Verfahrens dient die Konvektionszone des Spaltofens neben der Aufheizung des EDC noch der Erzeugung von Wasserdampf und/oder der Aufheizung von Verbrennungsluft.

5

Eine weitere Ausgestaltung sieht vor, dass die Abkühlung der Spaltgase größtenteils innerhalb der Quenche durch direkten Kontakt der heissen Spaltgase mit abgekühltem, flüssigen EDC, Vinylchlorid und Chlorwasserstoff geschieht, das beispielsweise in die Quenche im Gegenstrom eingedüst wird.

10

Eine weitere Ausführungsform sieht vor, dass die Abkühlung der Spaltgase größtenteils innerhalb der Quenche auf Kolonnenböden geschieht, die von oben und im Gegenstrom zu den Spaltgasen mit abgekühltem, flüssigen EDC beschickt werden.

15

Eine weitere Ausführungsform des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass die Heizmediumverteilung des Spaltofens auf die einzelnen Brennerreihen dadurch geregelt wird, dass die Produkttemperatur pro Spaltofensegment gemessen und durch die Brennstoffzufuhr entsprechend geregelt wird.

20

Eine weitere Ausgestaltung des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass die erste Destillationsstufe zur Abtrennung von Chlorwasserstoff bei einem Kondensationsdruck von 1,1 bis 1,3 MPa und einer Kondensationstemperatur von -22 °C bis -26 °C betrieben wird.

Eine weitere Ausgestaltung des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass der Hochsieder und feststoffhaltige Strom vom Sumpf der Quenchkolonne in einem einstufigen Verdampfer von Feststoff gereinigt wird und mittels Pumpe der Kolonne zur Abtrennung von Chlorwasserstoff zugeführt wird. Der feststoffhaltige und hochsiederhaltige von Vinylchlorid und Chlorwasserstoff befreite Strom wird zur Rückgewinnung von 1,2-Dichlorethan der Destillation zugeführt.

30

35

Eine weitere Ausführungsform des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass der Hochsieder und feststoffhaltige Strom vom Sumpf der Quenchkolonne in einem Absetzbehälter von groben Feststoffteilchen vorgereinigt und anschließend in einer Destillationskolonne in einen Chlorwasserstoff und Vinylchlorid-freien Sumpfstrom, der zum größten Teil aus EDC besteht, und einen feststofffreien Kopfstrom, der den gesamten Anteil an Chlorwasserstoff und Vinylchlorid enthält, aufgetrennt wird. Der von Feststoff gereinigte Destillatstrom wird beispielsweise mittels Pumpe der Kolonne zur Abtrennung von Chlorwasserstoff zugeführt. Der feststoffhaltige und hochsiederhaltige von Vinylchlorid und Chlorwasserstoff befreite Sumpfstrom wird beispielsweise zur Rückgewinnung von 1,2-Dichlorethan der Destillation zugeführt.

Eine weitere Ausführungsform des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass der Hochsieder und feststoffhaltige Strom vom Sumpf der Quenchkolonne in einem zweistufigen Verdampfer von Feststoff gereinigt und mittels Pumpe der Kolonne zur Abtrennung von Chlorwasserstoff zugeführt wird. Der feststoffhaltige und hochsiederhaltige von Vinylchlorid und Chlorwasserstoff befreite Strom wird dann gegebenenfalls zur Rückgewinnung von 1,2-Dichlorethan der Destillation zugeführt.

Eine weitere Ausführungsform des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass in der ersten Destillationsstufe ein Gemisch aus Chlorwasserstoff und Vinylchlorid über Kopf als Destillat und ein Gemisch aus Vinylchlorid und 1,2-Dichlorethan über den Kolonnensumpf abgetrennt wird.

Eine Ausführungsform der Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Trimwärmetauscher, einen EDC Spaltofen, eine Konvektionszone und Strahlungszone umfassend, eine Quenchkolonne mit einem Wärmetauscher am Quenchkopf, einen Luft- und/oder Wasserkühler als Quenchkopfkondensator, zumindest eine Pumpenvorlage, einen Quenchsumpf Flashbehälter, einen Quenchsumpf Kondensator und einen Wärmetauscher zur Ab-

kühlung des Quenchkopfgasstromes vor Eintritt in die Destillation umfasst.

Mit Hilfe der hier offenbarten Erfindung lässt sich erstmals die Energiebilanz der thermischen Spaltung von 1,2-Dichlorethan verbessern, die Verweilzeit der Gase im Spaltofen erniedrigen, die Bildung von Nebenprodukten eindämmen und damit die Laufzeit des Spaltofens, also das Zeitintervall zwischen zwei Wartungsperioden, verlängern.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung, wobei die Energiebilanz, die Laufzeit des Spaltofens und/oder die Ausbeute der Umsetzung deutlich gegenüber dem Stand der Technik gesteigert ist. Es wird ein Druck von 1,5 bis 3,5 MPa in der Spaltschlange bei einer Temperatur von 450 bis 550°C eingestellt und zur Vorwärmung des eingeleiteten EDC (=1,2-Dichlorethan) wird unter anderem die Abwärme des die Quenchkolonne kopfseitig verlassenden Gasstromes genutzt.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan, zumindest einen Spaltofen, eine Quenchkolonne und eine Reinigungsvorrichtung in dieser Reihenfolge aufweisend, wobei in der Zuführleitung, durch die in die Strahlungszone des Spaltofens 1,2-Dichlorethan eingespeist wird, ein vorgegebener Druck im Bereich zwischen 1,4 bis 2,5 MPa gewährleistet ist und zumindest ein erster Wärmetauscher angeordnet ist, durch den Druckschwankungen und Temperaturschwankungen in der EDC-Verdampfung ausgeglichen werden.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, bei der in der Zuführleitung noch ein zweiter, zumindest zum Teil durch die Abwärme der Quenchkolonne betriebener Wärmetauscher angeordnet ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, wobei in der Zuführleitung noch ein dritter, zumindest zum Teil durch die Abwärme der, in der Konvektionszone des Spaltofens befindlichen, Rauchgase betriebener Wärmetauscher angeordnet ist.
4. Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan in einem Spaltofen, bei dem im System ein mittlerer Druck von 1,4 bis 2,5 MPa gehalten wird und ein extern beheizbarer und separat regelbarer Wärmetauscher vorgesehen ist, durch den Druckschwankungen innerhalb des Systems ausgeglichen werden können.
5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei ein zweiter Wärmetauscher das EDC auf 120-150°C bringt.

6. Verfahren nach einem der 4 oder 5, wobei der zweite Wärmetauscher in der EDC-Zuführleitung zum Aufheizen des in den ersten Wärmetauscher einzuleitenden EDC dient.
- 5 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, wobei ein dritter Wärmetauscher das EDC auf 200-250°C erhitzt.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 7, wobei der Druck in der Spaltschlange in der Strahlungszone des Spaltofens zwischen 1,6 bis 2,2 MPa liegt.
- 10 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 8, wobei der Druck in der Spaltschlange in der Strahlungszone des Spaltofens zwischen 1,8 und 2,1 MPa liegt.
- 15 10. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche 4 bis 9, wobei die Temperatur in der Spaltschlange in der Strahlungszone des Spaltofens zwischen 450 und 550°C liegt.
- 20 11. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche 4 bis 10, bei dem das EDC gasförmig in den Spaltofen eingeleitet wird.
12. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche 4 bis 11, bei dem das EDC im Spaltofen innerhalb von 5 bis 10 sek auf zumindest 450°C erhitzt wird.
13. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche 4 bis 12, bei dem die gesamte Verweilzeit des EDC in der Strahlungszone des Spaltofens zwischen 15 und 30 sek liegt.
- 30 14. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche 4 bis 13, bei dem die Energiezufuhr zum Spaltofen in drei Brennerreihenstufen erfolgt, von denen jede Stufe einen oder mehrere Brenner umfassen kann, wobei die erste Brennerreihenstufe, beim EDC-Eintritt, 30 bis 70%, die zweite, mittlere Brennerreihenstufe 20 bis 40% und die dritte
- 35



Vinnolit, Toepfer VT 0302M

Unser Zeichen: DE 14042

16

Brennerreihenstufe, beim Austritt der Spaltgase 10 bis 20% liefert.

- 5 15. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche 4 bis 14, bei dem der Druck in der Quenchkolonne zwischen 1,4 und 2 MPa liegt.

Zusammenfassung

Vorrichtung und Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung von 1,2-Dichlorethan

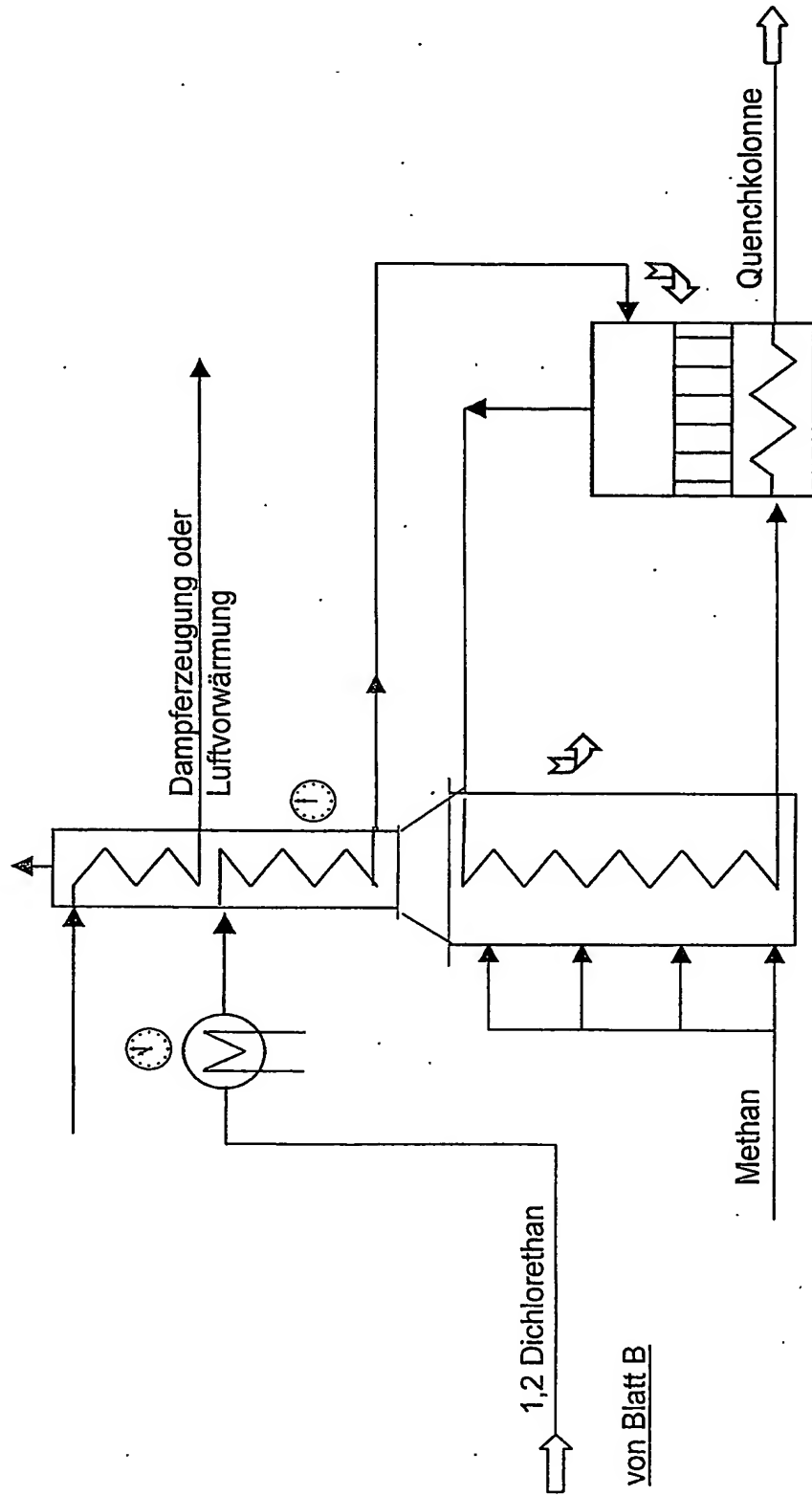
5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vinylchlorid durch thermische Spaltung, wobei die Energiebilanz, die Laufzeit des Spaltofens und/oder die Ausbeute der Umsetzung deutlich gegenüber dem Stand der Technik gesteigert ist. Es wird ein Druck von 1,4 bis 2,5 MPa in der Spaltschlange bei einer Temperatur von 450 bis 550°C eingestellt und zur Vorwärmung des eingeleiteten EDC (=1,2-Dichlorethan) wird unter anderem die Abwärme des die Quenchkolonne kopfseitig verlassenden Gasstromes genutzt.

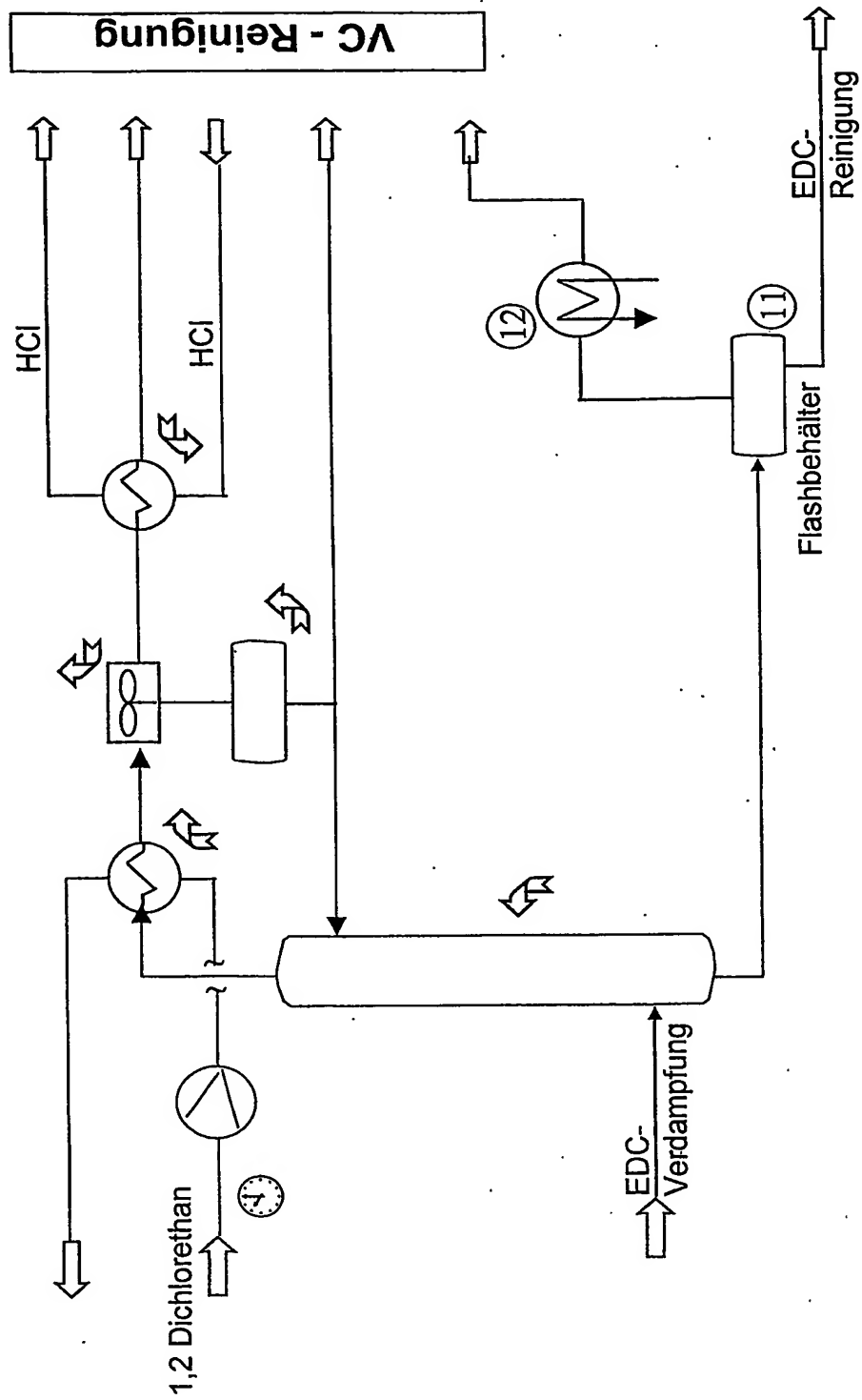
10

15

Figur , Blatt A



Figur , Blatt B



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**